

1.14544.0001

Spectroquant®

Ammonium Cell Test



1. Method

Ammonium nitrogen (NH₄-N) occurs partly in the form of ammonium ions and partly as ammonia. A pH-dependent equilibrium exists between the two forms.

In strongly alkaline solution ammonium nitrogen is present almost entirely as ammonia, which reacts with hypochlorite ions to form monochloramine. This in turn reacts with a substituted phenol to form a blue indophenol derivative that is determined photometrically. Due to the intrinsic yellow coloration of the reagent blank, the measurement solution is yellow-green to green in color.

The method corresponds to ISO 23695 and is analogous to EPA 350.1, APHA 4500-NH₃ F, ISO 7150-1, and DIN 38406-5.

2. Measuring range and number of determinations

Measuring range	Number of determinations
0.5 - 16.0 mg/l NH ₄ -N / NH ₃ -N	25
0.6 - 20.6 mg/l NH ₄ ⁺	
0.6 - 19.5 mg/l NH ₃	

For programming data for selected photometers / spectrophotometers see www.sigmaaldrich.com/photometry.

3. Applications

This test measures both ammonium ions and dissolved ammonia.

Sample material:

Groundwater and surface water, seawater
Drinking water
Wastewater
Nutrient solutions for fertilization
Soils and food after appropriate sample pretreatment

4. Influence of foreign substances

This was checked individually in solutions containing 8 and 0 mg/l NH₄-N. The determination is not yet interfered with up to the concentrations of foreign substances given in the table. Cumulative effects were not checked; such effects can, however, not be excluded.

Concentrations of foreign substances in mg/l or %					
Al ³⁺	1000	Mn ²⁺	25	EDTA	1000
Ca ²⁺	500	Ni ²⁺	50	Primary amines ¹⁾	0
Cd ²⁺	1000	NO ₂ ⁻	1000	Secondary amines ²⁾	25
CN ⁻	50	Pb ²⁺	1000	Aminophenols	50
Cr ³⁺	25	PO ₄ ³⁻	500	Aniline	100
Cr ₂ O ₇ ²⁻	500	S ²⁻	10	Triethanolamine	1000
Cu ²⁺	50	SiO ₃ ²⁻	1000	Surfactants ³⁾	1000
F ⁻	1000	Zn ²⁺	100	Na-acetate	10%
Fe ³⁺	100			NaCl	10%
Hg ²⁺	100			NaNO ₃	10%
Mg ²⁺	100			Na ₂ SO ₄	10%

Reducing agents interfere with the determination.

¹⁾ tested with methylamine

²⁾ tested with dimethylamine

³⁾ tested with nonionic, cationic, and anionic surfactants

5. Reagents and auxiliaries

Please note the warnings on the packaging materials!

The test reagents are stable up to the date stated on the pack when stored closed at +15 to +25 °C.

Package contents:

1 bottle of reagent NH₄-1K (contains granulate + desiccant capsule)
25 reaction cells
1 blue dose-metering cap
1 sheet of round stickers for numbering the cells

Other reagents and accessories:

MQuant® Ammonium Test, Cat. No. 1.10024,
measuring range 10 - 400 mg/l NH₄⁺ (8 - 311 mg/l NH₄-N)
MQuant® Universal indicator strips pH 0 - 14, Cat. No. 1.09535
Sodium hydroxide solution 1 mol/l Titripur®, Cat. No. 1.09137
Sulfuric acid 0.5 mol/l Titripur®, Cat. No. 1.09072
Spectroquant® CombiCheck 20, Cat. No. 1.14675
Ammonium standard solution, 1.00 mg/l NH₄-N, Cat. No. 1.25023
Ammonium standard solution, 2.00 mg/l NH₄-N, Cat. No. 1.25024
Ammonium standard solution, 6.00 mg/l NH₄-N, Cat. No. 1.25025
Ammonium standard solution, 12.0 mg/l NH₄-N, Cat. No. 1.25026

Pipette for a pipetting volume of 0.50 ml

6. Preparation

- Rinse glassware ammonium-free with distilled water. **Do not use detergent!**

At the first use **replace the screw cap of the reagent bottle NH₄-1K by the blue dose-metering cap.**

Hold the reagent bottle **vertically** and, at each dosage, press the slide **all the way** into the dose-metering cap. **Before each dosage** ensure that the slide is **completely retracted**.

Reclose the reagent bottle with the screw cap at the end of the measurement series, since the function of the reagent is impaired by the absorption of atmospheric moisture.

- Analyze immediately after sampling.
- Check the ammonium content with the MQuant® Ammonium Test. Samples containing more than 16.0 mg/l NH₄-N must be diluted with distilled water. Alternatively, it is also possible to use the Spectroquant® Ammonium Cell Test Cat. No. 1.14559 (measuring range 4.0 - 80.0 mg/l NH₄-N).
- The pH must be within the range 4 - 13.**
Adjust, if necessary, with sodium hydroxide solution or sulfuric acid.
- Filter turbid samples.

7. Procedure

Pretreated sample (20 - 30 °C)	0.50 ml	Pipette into a reaction cell (20 - 30 °C), close the cell, and mix.
Reagent NH ₄ -1K	1 dose	Add, close the cell tightly, and shake vigorously until the reagent is completely dissolved .

Leave to stand for 15 min (reaction time), then measure the sample in the photometer.

Notes on the measurement:

- For photometric measurement the cells must be clean. Wipe, if necessary, with a clean dry cloth.
- Measurement of turbid solutions yields false-high readings.
- Ammonium-free samples turn yellow on addition of reagent NH₄-1K.
- The pH of the measurement solution must be within the range 11.5 - 11.8.
- The color of the measurement solution remains stable for at least 60 min after the end of the reaction time stated above.
- In the event of ammonium concentrations exceeding 1000 mg/l, other reaction products are formed and false-low readings are yielded. In such cases it is advisable to conduct a plausibility check of the measurement results by diluting the sample (1:10, 1:100).

8. Analytical quality assurance

recommended before each measurement series
To check the photometric measurement system (test reagent, measurement device, handling) and the mode of working, the ammonium standard solutions (see section 5) or Spectroquant® CombiCheck 20 can be used. Besides a **standard solution** with 12.0 mg/l NH₄-N, CombiCheck 20 also contains an **addition solution** for determining sample-dependent interferences (**matrix effects**).
Additional notes see under www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.
For quality and batch certificates for Spectroquant® test kits see the website, where you will find all data in production control, that are determined in accordance with ISO 8466-1 and DIN 38402 A51.

9. Notes

- Reclose the reagent bottle immediately after use.
- Dispose of chemical waste in accordance with the local regulations.**

1.14544.0001

Spectroquant® Test en tube Ammonium



1. Méthode

L'azote ammoniacal ($\text{NH}_4\text{-N}$) se présente en partie sous la forme d'ions ammonium et en partie sous la forme d'ammoniac. Il existe un équilibre pH-dépendant entre ces deux formes.

Dans une solution fortement alcaline ne contenant pratiquement que de l'ammoniac, ce dernier réagit avec les ions hypochlorites pour donner de la monochloramine. Celle-ci forme avec un phénol substitué un dérivé bleu d'indophénol qui est dosé par photométrie. En raison de la coloration jaune propre de la valeur à blanc des réactifs, la solution à mesurer apparaît en jaune-vert à vert.

La méthode correspond à ISO 23695 et est analogue à EPA 350.1, APHA 4500-NH₃ F, ISO 7150-1 et DIN 38406-5.

2. Domaine de mesure et nombre de dosages

Domaine de mesure	Nombre de dosages
0,5 - 16,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$ / $\text{NH}_3\text{-N}$	25
0,6 - 20,6 mg/l de NH_4^+	
0,6 - 19,5 mg/l de NH_3	

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. www.sigmaaldrich.com/photometry.

3. Applications

Ce test dose aussi bien les ions ammonium que l'ammoniac dissous.

Echantillons :

Eaux souterraines et eaux de surface, eau de mer

Eau potable

Eaux usées

Solutions nutritives servant d'engrais

Sols et aliments après prétraitement approprié de l'échantillon

4. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu au cas par cas sur des solutions contenant 8 et 0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$. Le dosage n'est pas encore perturbé jusqu'aux concentrations de substances étrangères indiquées dans le tableau. On n'a pas contrôlé s'il y a des effets cumulatifs, mais ceux-ci ne sont pas à exclure.

Concentrations de substances étrangères en mg/l ou %			
Al^{3+}	1000	Mn^{2+}	25
Ca^{2+}	500	Ni^{2+}	50
Cd^{2+}	1000	NO_2^-	1000
CN ⁻	50	Pb^{2+}	1000
Cr^{3+}	25	PO_4^{3-}	500
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	500	S^{2-}	10
Cu^{2+}	50	SiO_3^{2-}	1000
F ⁻	1000	Zn ²⁺	100
Fe^{3+}	100		
Hg^{2+}	100		
Mg^{2+}	100		
		EDTA	1000
		Amines primaires¹⁾	0
		Amines secondaires ²⁾	25
		Aminophénols	50
		Aniline	100
		Triéthanolamine	1000
		Tensio-actifs ³⁾	1000
		Na acétate	10 %
		NaCl	10 %
		NaNO_3	10 %
		Na_2SO_4	10 %

Les réducteurs perturbent.

¹⁾ testé avec la méthylamine

²⁾ testé avec la diméthylamine

³⁾ testé avec des tensio-actifs non ioniques, cationiques et anioniques

5. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs.

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage :

1 flacon de réactif $\text{NH}_4\text{-1K}$ (contient des granulés + une capsule desséchante)
25 tubes à essai avec réactif

1 capuchon doseur bleu

1 feuille de pastilles autocollantes pour le numérotage des tubes

Autres réactifs et accessoires :

MQuant® Test Ammonium, art. 1.10024,

domaine de mesure 10 - 400 mg/l de NH_4^+ (8 - 311 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$)

MQuant® Bandelettes indicatrices universelles pH 0 - 14, art. 1.09535

Sodium hydroxyde en solution 1 mol/l Titripur®, art. 1.09137

Acide sulfurique 0,5 mol/l Titripur®, art. 1.09072

Spectroquant® CombiCheck 20, art. 1.14675

Ammonium - solution étalon, 1,00 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, art. 1.25023

Ammonium - solution étalon, 2,00 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, art. 1.25024

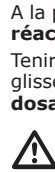
Ammonium - solution étalon, 6,00 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, art. 1.25025

Ammonium - solution étalon, 12,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, art. 1.25026

Pipette pour un volume de pipetage de 0,50 ml

6. Préparation

- Rincer la verrerie avec de l'eau distillée jusqu'à absence d'ammonium.
Ne pas employer de détergent !



A la première utilisation, **remplacer le bouchon fileté du flacon de réactif $\text{NH}_4\text{-1K}$ par le capuchon doseur bleu.**

Tenir le flacon de réactif **verticalement** et à chaque dosage, pousser le glisseur dans le capuchon doseur **jusqu'à la butée. Avant chaque dosage, s'assurer que le glisseur soit retiré.**

La série de mesures étant terminée, reboucher le flacon de réactif avec le bouchon fileté car le réactif est sensible à l'humidité atmosphérique qui influence sa fonction.

- Analyser les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- Vérifier la teneur en ammonium avec le test Ammonium MQuant®. Les échantillons contenant plus de 16,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$ doivent être dilués avec de l'eau distillée. Ou bien, on peut aussi utiliser le test en tube Ammonium Spectroquant® art. 1.14559 (domaine de mesure 4,0 - 80,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$).
- Le pH doit être compris entre 4 et 13.**
L'ajuster si nécessaire avec de l'hydroxyde de sodium en solution ou de l'acide sulfurique.
- Filtrer les échantillons troubles.

7. Mode opératoire

Echantillon préparé (20 - 30 °C)	0,50 ml	Pipetter dans le tube à essai (20 - 30 °C), boucher le tube et mélanger.
Réactif $\text{NH}_4\text{-1K}$	1 dose	Ajouter, boucher le tube hermétiquement et l'agiter vigoureusement jusqu'à dissolution totale du réactif.

Laisser reposer 15 minutes (temps de réaction), puis mesurer l'échantillon dans le photomètre.

Remarques concernant la mesure :

- Les tubes utilisés pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- Les échantillons exempts d'ammonium virent au jaune après addition du réactif $\text{NH}_4\text{-1K}$.
- Le pH de la solution à mesurer doit être compris entre 11,5 et 11,8.
- La couleur de la solution à mesurer reste stable pendant un minimum de 60 minutes passé le temps de réaction indiqué plus haut.
- A des concentrations d'ammonium supérieures à 1000 mg/l, d'autres produits de réaction se forment et on obtient des résultats trop faibles. Dans ce cas, il est conseillé d'effectuer un contrôle de plausibilité des résultats par la dilution de l'échantillon (1:10, 1:100).

8. Assurance de la qualité d'analyse

conseillé avant chaque série de mesures

Pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactif-test, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, on peut utiliser les solutions étalon d'ammonium, (cf. § 5) ou le CombiCheck 20

Spectroquant®. Outre une **solution étalon** avec 12,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, le CombiCheck 20 contient aussi une **solution additive** pour la détermination des interférences dépendant de l'échantillon (**effets de matrice**).

Remarques complémentaires, cf. sous www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site web.

On y trouve une liste de toutes les données du contrôle en cours de production qui ont été déterminées selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51.

9. Remarques

- Reboucher le flacon immédiatement après le prélèvement du réactif.
- Éliminez les déchets chimiques conformément aux réglementations locales.**

1.14544.0001

Spectroquant® Test en cubetas Amonio



1. Método

El nitrógeno amónico ($\text{NH}_4\text{-N}$) se presenta en parte en forma de iones amonio y en parte en forma de amoníaco. Entre ambas formas de aparición existe un equilibrio dependiente del pH. En solución fuertemente alcalina, en la que prácticamente sólo existe amoníaco, tiene lugar con iones hipoclorito una transformación en monocloramina. Esta forma con un fenol substituido un derivado azul de indofenol que se determina fotométricamente. Debido a la tinción propia de color amarillo del valor en blanco de los reactivos, la solución de medición aparece en color amarillo-verde a verde.

El procedimiento corresponde a ISO 23695 y es análogo a EPA 350.1, APHA 4500-NH₃ F, ISO 7150-1 y DIN 38406-5.

2. Intervalo de medida y número de determinaciones

Intervalo de medida	Número de determinaciones
0,5 - 16,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$ / $\text{NH}_3\text{-N}$¹⁾	25
0,6 - 20,6 mg/l de NH_4^+	
0,6 - 19,5 mg/l de NH_3	

¹⁾ N de amonio / amoníaco

Datos de programación para determinados fotómetros / espectrofotómetros, ver www.sigmaaldrich.com/photometry.

3. Campo de aplicaciones

El test determina tanto los iones amonio como amoníaco disueltos.

Material de las muestras:

Aguas subterráneas y superficiales, agua de mar

Agua potable

Aguas residuales

Soluciones nutritivas para fertilización

Suelos y alimentos tras preparación apropiada de la muestra

4. Influencia de sustancias extrañas

Esta se comprobó de forma individual en soluciones con 8 y con 0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$. Hasta las concentraciones de sustancias extrañas indicadas en la tabla la determinación todavía no es interferida. No se han controlado efectos cumulativos; sin embargo, éstos no pueden ser excluidos.

Concentración de sustancias extrañas en mg/l o en %			
Al^{3+}	1000	Mn^{2+}	25
Ca^{2+}	500	Ni^{2+}	50
Cd^{2+}	1000	NO_2^-	1000
CN^-	50	Pb^{2+}	1000
Cr^{3+}	25	PO_4^{3-}	500
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	500	S^{2-}	10
Cu^{2+}	50	SiO_3^{2-}	1000
F^-	1000	Zn^{2+}	100
Fe^{3+}	100		
Hg^{2+}	100		
Mg^{2+}	100		
		EDTA	1000
		Aminas primarias¹⁾	0
		Aminas secundarias ²⁾	25
		Aminofenoles	50
		Anilina	100
		Trietanolamina	1000
		Tensioactivos ³⁾	1000
		Na-acetato	10 %
		NaCl	10 %
		NaNO_3	10 %
		Na_2SO_4	10 %

Los reductores interfieren.

¹⁾ ensayado con metilamina

²⁾ ensayado con dimetilamina

³⁾ ensayado con tensioactivos no iónicos, catiónicos y aniónicos

5. Reactivos y auxiliares

¡Tener en cuenta las advertencias de peligro que se encuentran en los diferentes componentes del envase!

Los reactivos del test son utilizables hasta la fecha indicada en el envase si se conservan cerrados entre +15 y +25 °C.

Contenido del envase:

- 1 frasco de reactivo $\text{NH}_4\text{-1K}$ (contiene granulado + una capsula deshidratante)
- 25 cubetas de reacción
- 1 dosificador azul
- 1 hoja con etiquetas redondas autoadhesivas para numerar las cubetas

Otros reactivos y accesorios:

- MQuant® Test Amonio, art. 1.10024, intervalo de medida 10 - 400 mg/l de NH_4^+ (8 - 311 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$)
- MQuant® Tiras indicadoras universales pH 0 - 14, art. 1.09535
- Sodio hidróxido en solución 1 mol/l Titripur®, art. 1.09137
- Ácido sulfúrico 0,5 mol/l Titripur®, art. 1.09072
- Spectroquant® CombiCheck 20, art. 1.14675
- Amonio - solución patrón, 1,00 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, art. 1.25023
- Amonio - solución patrón, 2,00 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, art. 1.25024
- Amonio - solución patrón, 6,00 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, art. 1.25025
- Amonio - solución patrón, 12,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, art. 1.25026

Pipeta para un volumen de pipeteo de 0,50 ml

6. Preparación

- Enjuagar el material de vidrio con agua destilada hasta ausencia de amonio. **¡No usar detergentes!**



Acabada la serie de mediciones, cerrar el frasco de reactivo de nuevo con la tapa roscada, ya que la absorción de humedad del aire perjudica el funcionamiento del reactivo.

- Analizar las muestras inmediatamente después de la toma de muestras.
- Comprobar el contenido de amonio con el test Amonio MQuant®. Las muestras con más de 16,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$ deben diluirse con agua destilada. En su lugar se puede usar también el test en cubetas Amonio Spectroquant® art. 1.14559 (intervalo de medida 4,0 - 80,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$).
- El valor del pH debe encontrarse en el intervalo 4 - 13.** Si es necesario, ajustar con solución de hidróxido sódico o con ácido sulfúrico.
- Filtrar las muestras turbias.

7. Técnica

Muestra preparada (20 - 30 °C)	0,50 ml	Pipetear en una cubeta de reacción (20 - 30 °C), cerrar la cubeta y mezclar.
Reactivo $\text{NH}_4\text{-1K}$	1 dosis	Añadir y agitar vigorosamente la cubeta firmemente cerrada hasta que el reactivo se haya disuelto completamente .
Dejar en reposo 15 minutos (tiempo de reacción), luego medir la muestra de medición en el fotómetro.		

Notas sobre la medición:

- Para la medición fotométrica las cubetas deben estar limpias. Si es necesario, limpiarlas con un paño seco y limpio.
- Las turbideces después de acabada la reacción dan como resultado valores falsamente elevados.
- Las muestras exentas de amonio se colorean de amarillo al añadir el reactivo $\text{NH}_4\text{-1K}$.
- El valor del pH de la solución de medición debe encontrarse en el intervalo 11,5 - 11,8.
- El color de la solución de medición permanece estable como mínimo 60 minutos después de transcurrido el tiempo de reacción antes indicado.
- En caso de concentraciones de amonio superiores a 1000 mg/l se forman otros productos de reacción y se obtienen valores falsamente bajos. En estos casos es adecuado un control de plausibilidad de los resultados de medición mediante dilución de la muestra (1:10, 1:100).

8. Aseguramiento analítico de la calidad

se recomienda antes de cada serie de mediciones Para comprobar el sistema fotométrico de medición (reactivo del test, dispositivo de medición, manipulación) y el modo de trabajo pueden usarse las soluciones patrón de amonio, (ver apartado 5) o el CombiCheck 20 Spectroquant®. Además de una **solución patrón** con 12,0 mg/l de $\text{NH}_4\text{-N}$, el CombiCheck 20 contiene también una **solución de adición** para determinar las interferencias dependientes de la muestra (**efectos de matriz**). Notas adicionales, ver bajo www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits. Certificados de calidad y lote para Kits de test de Spectroquant®, véase el sitio web. Allí se indican todos los datos del control de producción que se han obtenido según ISO 8466-1 y DIN 38402 A51.

9. Notas

- Cerrar de nuevo inmediatamente el frasco tras la toma del reactivo.
- Deseche los residuos químicos de acuerdo con las regulaciones locales.**